

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-195649

(43)Date of publication of application : 21.07.1999

(51)Int.Cl.

H01L 21/31  
F16K 51/00  
// C23G 5/04

(21)Application number : 10-090850

(71)Applicant : EBARA CORP

(22)Date of filing : 19.03.1998

(72)Inventor : HORIE KUNIAKI

SUZUKI HIDENAO

NAKADA TSUTOMU

SHIBAZAKI MITSUNAO

(30)Priority

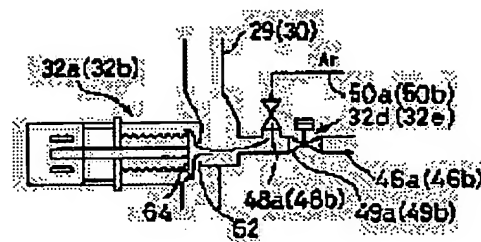
Priority number : 98 87100062    Priority date : 05.01.1998    Priority country : TW

## (54) VALVE DEVICE

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a valve device which is prevented from deteriorating in its function by a method wherein the inside of an open-close valve is easily and surely cleaned even if fluid which contains unvaporized material or reaction products flows into the valve.

**SOLUTION:** A valve device is used for closing/opening a flow path of material gas which is liable to separate out solid matters, where the valve device is equipped with a purge gas feed port which feeds a purge gas towards a gap between a valve 64 and a valve seat 62 and/or a cleaning fluid feed port which feeds cleaning fluid towards at least a flow path of material gas above or below the valve 64 is provided.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

03.04.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-195649

(43)公開日 平成11年(1999) 7月21日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F 1

H 0 1 L 21/31

H 0 1 L 21/31

B

F 1 6 K 51/00

F 1 6 K 51/00

C

// C 2 3 G 5/04

C 2 3 G 5/04

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平10-90850

(22)出願日 平成10年(1998) 3月19日

(31)優先権主張番号 8 7 1 0 0 0 6 2

(32)優先日 1998年1月5日

(33)優先権主張国 台湾 (TW)

(71)出願人 000000239

株式会社荏原製作所

東京都大田区羽田旭町11番1号

(72)発明者 堀江 邦明

東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社

荏原製作所内

(72)発明者 鈴木 秀直

東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社

荏原製作所内

(72)発明者 中田 勉

東京都大田区羽田旭町11番1号 株式会社

荏原製作所内

(74)代理人 弁理士 渡邊 勇 (外2名)

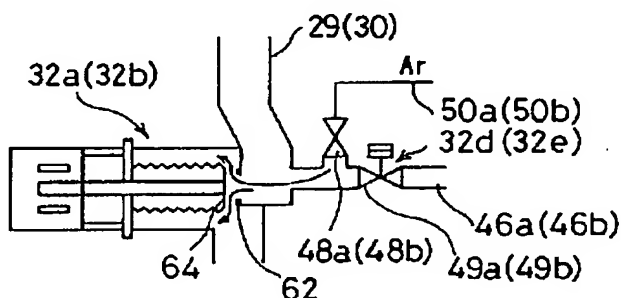
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 弁装置

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 未気化物や反応生成物を伴った流体が流れても、開閉弁の内部を容易かつ確実に洗浄して、この機能が劣化してしまうのを防止するようにした弁装置を提供する。

【解決手段】 固形物を析出しやすい原料ガスの流路を開閉するための弁装置において、弁体64と弁シート62との間の隙間に向けてパージガスを供給するパージガス供給ポート、及び／又は、弁体の近傍から原料ガスの上流側及び下流側の少なくとも一方の流路に向けて洗浄液を供給する洗浄液供給ポートが設けられている。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 固形物を析出しやすい原料ガスの流路を開閉するための弁装置において、弁体と弁シートとの間の隙間に向けてパージガスを供給するパージガス供給ポート、及び／又は、弁体の近傍より原料ガスの上流側及び下流側の少なくとも一方の流路に向けて洗浄液を供給する洗浄液供給ポートが設けられていることを特徴とする弁装置。

【請求項 2】 固形物を析出しやすい原料ガスの流路を開閉するための開閉弁を操作する際に、前記開閉弁を閉じる直前に弁体と弁シートとの間の隙間に向けてパージガス又は洗浄液を供給する工程を行なうことを特徴とする開閉弁の洗浄方法。

【請求項 3】 前記開閉弁を閉じた後に弁体の近傍より少なくとも一方の流路に向けて洗浄液あるいはキャリアガスを供給する工程を行なうことを特徴とする請求項 2 に記載の開閉弁の洗浄方法。

【請求項 4】 所定の気化圧力及び気化温度において液体原料流路から供給された液体原料を気化して原料ガス流路に送る気化器と、前記原料ガス流路を開閉する開閉弁と、弁体の近傍より原料ガス流路の上流側に向けて洗浄液タンクから洗浄液を供給する洗浄液供給ポートと、前記液体原料流路から分岐して切換可能に設けられて前記洗浄液タンクに繋がる洗浄液ベント流路とを有することを特徴とする気化装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、開閉弁の洗浄方法及びその装置に係り、特に、チタン酸バリウム／ストロンチウム等の高誘電体又は強誘電体薄膜を基板上に気相成長させる薄膜気相成長装置に使用される開閉弁の内部を洗浄するのに使用して最適な開閉弁の洗浄方法及びその装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、半導体産業における集積回路の集積度の向上はめざましく、現状のメガビットオーダから、将来のギガビットオーダを睨んだ DRAM の研究開発が行われている。かかる DRAM の製造のためには、小さな面積で大容量が得られるキャパシタ素子が必要である。このような大容量素子の製造に用いる誘電体薄膜として、誘電率が 10 以下であるシリコン酸化膜やシリコン窒化膜に替えて、誘電率が 20 程度である五酸化タンタル( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ) 薄膜、あるいは誘電率が 300 程度であるチタン酸バリウム( $\text{BaTiO}_3$ )、チタン酸ストロンチウム( $\text{SrTiO}_3$ ) 又はこれらの混合物であるチタン酸バリウムストロンチウム等の金属酸化物薄膜材料が有望視されている。また、さらに誘電率が高い PZT、PLZT、Y1 等の強誘電体の薄膜材料も有望視されている。

【0003】ところで、このような素材の成膜を行う方法として、化学気相成長 (CVD) が有望とされており、この場合、最終的に成膜室内で原料ガスを被成膜基板に安定的に供給する必要がある。原料ガスは、常温で固体の  $\text{Ba}(\text{DPM})_2$ 、 $\text{Sr}(\text{DPM})_2$  などを液状化し、さらに気化特性を安定化させるために有機溶剤（例えば THF など）を混合させたものを気化器で加熱し気化することによって生成される。この種の気化器においては、気化器で液体（液体原料）を気化する際に、金属との化合物や中間生成物等が生成される。

【0004】このような薄膜気相成長装置においては、気化器で気化させた原料ガスを成膜室に供給する原料ガス供給流路の途中に、トラップ装置を有するバイパス流路を開閉弁によって切り換え可能に設けている。これは、成膜工程が終わった時や、気化器の気化状態が安定するまでの原料ガスをこのバイパス流路に流し、トラップ装置で原料ガスの成分をトラップして回収してから排出するものである。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところで、この種の原料ガスは気化させることが一般に困難でありかつ反応性が高いので、気化器の 2 次側に未気化物や反応生成物が流出してしまうことが多い。従って、図 5 に示すように、この未気化物や反応生成物が弁シート 12 や弁体 14 に付着したり、合わせ面を傷つけ、開閉弁の機能を劣化させるという問題があった。このことは、図示のペローズタイプのものに限らず、ダイヤフラムタイプ等の他の開閉弁にあっても同様である。

【0006】なお、開閉弁を保温して付着を防ぐことも考えられるが、加熱が不完全で温度が低下した場合には、弁体内で原料ガスの再凝縮が発生し、また、加熱し過ぎると原料ガスが変質して付着してしまうという問題がある。

【0007】本発明は上記に鑑み、例え未気化物や反応生成物を伴った流体が流れても、開閉弁の内部を容易かつ確実に洗浄して、この機能が劣化してしまうのを防止するようにした弁装置を提供することを目的とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】請求項 1 に記載の発明は、固形物を析出しやすい原料ガスの流路を開閉するための弁装置において、弁体と弁シートとの間の隙間に向けてパージガスを供給するパージガス供給ポート、及び／又は、弁体の近傍より原料ガスの上流側及び下流側の少なくとも一方の流路に向けて洗浄液を供給する洗浄液供給ポートが設けられていることを特徴とする弁装置である。

【0009】これにより、弁シートや弁体に付着した固形物をガスで気化促進させ、あるいは吹き飛ばして、または洗浄液で洗い流してバルブシート面から除去してから弁を閉じるので、固形物を挟み込んだ状態で弁が閉じ

られることによるシール不良や弁シートの傷の発生が防止される。また、弁体の近傍より洗浄液を流すことで弁体の近傍に堆積した固形物を洗浄して、次に弁装置が開いた時に固形物によるシール不良や弁シートの傷の発生が防止される。

【0010】請求項2に記載の発明は、固形物を析出しやすい原料ガスの流路を開閉するための開閉弁を操作する際に、前記開閉弁を開じる直前に弁体と弁シートの間の隙間に向けてパージガス又は洗浄液を供給する工程を行なうことを特徴とする開閉弁の洗浄方法である。

【0011】請求項3に記載の発明は、前記開閉弁を開じた後に弁体の近傍より少なくとも一方の流路に向けて洗浄液あるいはキャリアガスを供給する工程を行なうことを特徴とする請求項2に記載の開閉弁の洗浄方法である。これにより、弁体の近傍に堆積した固形物を洗浄して、次に弁装置が開いた時に固形物によるシール不良や弁シートの傷の発生が防止される。また、片側に洗浄液、反対側にキャリアガスを流すことで、洗浄を実施しながら気化を促進させることができる。

【0012】請求項4に記載の発明は、所定の気化圧力及び気化温度において液体原料流路から供給された液体原料を気化して原料ガス流路に送る気化器と、前記原料ガス流路を開閉する開閉弁と、弁体の近傍より原料ガス流路の上流側に向けて洗浄液タンクから洗浄液を供給する洗浄液供給ポートと、前記液体原料流路から分岐して切換可能に設けられて前記洗浄液タンクに繋がる洗浄液ベント流路とを有することを特徴とする気化装置である。これにより、弁体とガス流路及びその上流の気化器に洗浄液を流してこれらを一括して洗浄する洗浄流路が形成される。

【0013】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面を参照して説明する。図1は、例えば液状のBa(DPM)<sub>2</sub>、Sr(DPM)<sub>2</sub>等を有機溶剤(例えばTHFなど)中に溶解させた液体原料を気化器20で気化させて原料ガスを生成し、このガス原料と酸素含有ガスとを混合させつつ、成膜室(反応室)22内で一定の温度に加熱した基板に噴射して、この基板上に金属酸化物薄膜を気相成長させる成膜システムを示すものである。

【0014】気化器20には、上流側の液体原料源に繋がる液体原料流路26と、液体原料をその気化温度以上に加熱するヒータ24が設けられている。また、下流側には、気化した原料ガスを排出する原料ガス流路28が設けられ、これは気化器20の下流で開閉弁32a、成膜室22及びトラップ36aに繋がる成膜流路29と、開閉弁32b、トラップ装置36bを有するバイパス流路30に分岐し、それぞれに設けた開閉弁32c、32dの下流で再度合流してポンプ38に繋がっている。これらの原料ガス流路28、成膜流路29及び該流路28バイパス流路30の周囲には、これらを流れる原料ガス

の温度を一定に保温するヒータ40が配置されている。

【0015】トラップ装置36a、36bは、この例においては、液体窒素のような液体または冷却された空気等の冷却用熱媒体を流通させることにより、原料ガスの成分をトラップ部に付着させてこれを排ガスから除去する低温トラップであり、各トラップには、図示しない熱媒体供給源に接続された冷却媒体供給流路及び排出流路がそれぞれ備えられている。なお、トラップ装置の構造はこれに限られるものではない。

10 【0016】成膜流路28内に設置された開閉弁32a、及びバイパス流路30内に設置された開閉弁32bには、洗浄液タンク44からポンプ58を経由して延びる洗浄液供給流路42が接続されている。この洗浄液供給流路42は、ポンプ58の下流で2つの分岐流路46a、46bに分岐し、この各分岐流路46a、46bはそれぞれ開閉弁32d、32eを介して各開閉弁32a、32bの1次側に設けられた洗浄液ポート49a、49bにそれぞれ接続されている。各開閉弁32a、32bには、各洗浄液ポート49a、49bに近接してガス注入ポート48a、48bが設けられ、これにはAr等のパージガス源に接続されたガス流路50a、50bがそれぞれ接続されている。

20 【0017】洗浄液タンク44内には、例えばテトラヒドロフラン(THF)からなる洗浄液52が貯留されているとともに、この洗浄液52を加温するヒータ54と、洗浄液52の液面をHeガス等のガスで加圧する加圧装置56が備えられている。また、洗浄液供給流路42には、洗浄液52を加圧しながら順次送り出すポンプ58が設置されている。

30 【0018】加圧装置56は、洗浄液52をその蒸気圧以上に加圧して常に液体状態で開閉弁32a、32bの内部に供給するために設けられ、ポンプ58のみで洗浄液52をこの蒸気圧以上に加圧できるような場合には必ずしも必要ではない。しかしながら、加圧装置56を備えることによって、ポンプ58の吸込み側で低圧となつて、洗浄液52がポンプ58の吸込み側で一部で気化してしまうことを防止することができる。もちろん、洗浄領域の出口末端部に蒸気圧以上のクラッキング圧の逆止弁を設け、洗浄領域内に圧力を掛けるようにしてもよい。

【0019】更に、気化器20のすぐ上流側の原料供給流路26から分岐して洗浄液タンク44に連絡する洗浄液ベント流路60が設けられている。このベント流路60には開閉弁32fが設けられ、また、原料供給流路26の分岐点の上流側には開閉弁32gが設けられている。

【0020】以下、この実施の形態の洗浄システムの作用を説明する。成膜を行う時には、成膜流路28内の切換弁32aを開き、バイパス流路30内の切換弁32bを閉じて原料ガスを成膜室22内に導く。成膜を行って

いない時や気化状態が安定するまでの間は、成膜流路 2 8 内の切換弁 3 2 a を閉じ、バイパス流路 3 0 内の切換弁 3 2 b を開いて原料ガスをバイパス流路 3 0 内に導く。成膜室 2 2 から排気流路 3 4、トラップ装置 3 6 a を経由した処理ガスと、バイパス流路 3 0 内をトラップ装置 3 6 b を経由して流れた原料ガスは、それぞれ合流して排気ポンプ 3 8 から外部に排気される。

【0021】これらの過程において、開閉弁 3 2 a、3 2 b の内部には原料ガスが流れ、この原料ガス中の未気化成分や反応生成物が、弁シート 6 2 や弁体 6 4 に付着する。従って、以下に説明するように、開閉弁 3 2 a、3 2 b に対するこれらの物質の付着防止及び洗浄工程を行なう。

【0022】まず、開閉弁 3 2 a、3 2 b を閉じる直前に、各分岐流路 4 6 a、4 6 b 内の開閉弁 3 2 d、3 2 e を閉じた状態で、図 2 に示すように、各ポート 4 8 a、4 8 b を開いて加熱した A r ガス等のパージガスあるいは洗浄液を注入し、開閉弁 3 2 a、3 2 b の弁シート 6 2 と弁体 6 4 との間に付着した付着物を除去する。その後、開閉弁 3 2 a、3 2 b を閉じるが、弁シート 6 2 と弁体 6 4 に付着した付着物が除去されているため、バルブシール面の損傷を防止して、シール性を維持することができる。

【0023】次に、各ポート 4 8 a、4 8 b を閉じ、ポンプ 5 8 を駆動させ、同時に各分岐流路 4 6 a、4 6 b 内の開閉弁 3 2 d、3 2 e と洗浄液ポート 4 9 a、4 9 b を開く。これにより、図 3 に示すように、ポンプ 5 8 と加圧装置 5 6 を介して加圧された洗浄液 5 2 を開閉弁 3 2 a、3 2 b の 1 次側に流入させる。そして、洗浄液ベント流路 6 0 内の開閉弁 3 2 f を開いて、洗浄液 5 2 を気化器 2 0 から洗浄液ベント流路 6 0 内に循環させる。この時、洗浄液 5 2 は、気化しないように加圧されているので、液体のまま開閉弁 3 2 a、3 2 b から気化器 2 0 に流れ、これらの内部の付着物を溶解させて効率的に洗浄する。洗浄液タンク 4 4 のヒータ 5 4 で洗浄液 5 2 を加温することにより、付着物の溶解速度及び飽和溶解度を高めて、洗浄効果を高めることができる。

【0024】そして、ポンプ 5 8 を停止させるとともに、分岐流路 4 6 a、4 6 b の開閉弁 3 2 d、3 2 e を閉じ、しかる後、ガス注入ポート 4 8 a、4 8 b を開いてガス注入流路 5 0 a、5 0 b からパージガスを導入し、これによって、開閉弁 3 2 a、3 2 b から気化器 2 0 内の洗浄液 5 2 を全て洗浄液タンク 4 4 に回収して、洗浄を完了する。これにより、気化器 2 0、原料ガス供給流路 2 6 及びバイパス流路 3 0 を含む流路と、開閉弁 3 2 a、3 2 b の弁シート 6 2 と弁体 6 4 が清浄化され

る。

【0025】何回かの洗浄を繰り返し、所定の量の原料ガスが溶解すると、洗浄液の堆積も増えて洗浄能力が低下するので、洗浄液を交換する。液換えのタイミングは、洗浄液の容積、質量、比重、光の透過量、誘電率、粘度等の種々のパラメータの変化により検知することができる。

【0026】なお、上記の実施の形態においては、開閉弁の吸込側にガス及び洗浄液を導入するようにした例を示しているが、必要に応じて、図 4 に示すように、開閉弁の排気側にガス及び洗浄液を導入するようにしても良い。

【0027】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、弁シートや弁体に付着した固形物をガスで吹き飛ばしてバルブシート面から除去してから弁を閉じるので、固形物を挟み込んだ状態で弁が閉じられることによるシール不良や弁シートの傷の発生が防止され、また、弁体の近傍より洗浄液を流すことで弁体の近傍に堆積した固形物を洗浄して、次に弁装置が開いた時に固形物によるシール不良や弁シートの傷の発生が防止される。従って、例え未気化物や反応生成物を伴った流体が流れても、開閉弁の内部を容易かつ確実に洗浄して、この機能が劣化してしまうのを防止するようにした弁装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の実施の形態の概略を示す図である。

【図 2】洗浄の一工程を示す要部の拡大断面図である。

【図 3】同じく、洗浄の一工程を示す要部の拡大断面図である。

【図 4】他の実施の形態の開閉弁を示す要部の拡大断面図である。

【図 5】従来の開閉弁の断面図である。

【符号の説明】

- 2 0 気化器
- 2 2 成膜室
- 2 8 原料ガス供給流路
- 3 0 バイパス流路
- 3 2 a ～ 3 2 g 開閉弁
- 3 6 a、3 6 b トラップ装置
- 4 2 洗浄液供給流路
- 4 6 a、4 6 b 分岐流路
- 4 8 a、4 8 b ポート
- 5 0 a、5 0 b ガス注入流路
- 5 8 ポンプ
- 6 0 洗浄液ベント流路

